

-TRANSLATION OF PERTINENT PORTIONS-

Unexamined Patent Application Publication No. 2000-169134
Publication Date: June 20, 2000
Application No. H10-350043
Application Date: December 9, 1998

Inventors: Mutsuhiro Ito and Kunihiro Takeda
Applicant: FUJI SILYSIA CHEMICAL, LTD.

Title of the Invention: Method for Producing Spherical Silica Particles

[0001]

[TECHNICAL FIELD]

The present invention relates to a method for producing spherical silica particles.

[0002]

[PRIOR ART]

Conventional methods for producing spherical silica particles include a method comprising spraying silica hydrogel and collecting solidified spherical silica particles, and a method comprising emulsifying silica hydrogel in a liquid that is not compatible with the silica hydrogel to produce spherical silica particles.

[0003]

[PROBLEM TO BE SOLVED BY THIS INVENTION]

The conventional methods produce spherical silica particles with particle sizes that vary widely; the methods can hardly provide spherical silica particles with a uniform particle size. Controlling the particle size distribution requires classification of the particles, or sieving them, which increases the production cost of spherical silica particles.

[0004]

The present invention is made to solve the aforementioned problem. The objective of the present invention is to provide a method for producing spherical silica particles with relatively uniform particle sizes, without classification or sieving.

[0005]

[MEANS TO SOLVE THE PROBLEM AND ADVANTAGES OF THE INVENTION]

In order to solve the aforementioned problem, a method for producing spherical silica particles according to the present invention

comprises, as stated in claim 1, allowing silica sol to flow out of a nozzle at a predetermined flow rate; applying vibration with a predetermined frequency and a predetermined amplitude to the silica sol in the nozzle; thereby making the silica sol flowing out of the nozzle fall in drops; and gelling the silica sol drops in the form of a general sphere to produce silica sol particles.

[0006]

This method for producing spherical silica particles applies vibration with a predetermined frequency and amplitude to silica sol in the nozzle while the silica sol is flowing out of the nozzle at a predetermined flow rate. Then, a compressional wave (or a longitudinal wave) resulting from the vibration propagates in the silica sol, continuously flowing from the nozzle and therefore being in the form of a general column, which cuts the silica sol column at generally regular intervals into drops. The drops with a generally same volume form spherical particles with a generally same diameter by their surface tension. Gelling these silica sol drops produces spherical silica particles.

[0007]

The spherical silica particles thus obtained have very narrow particle size distribution as they are, which eliminates the need for classification or sieving. Therefore the spherical silica particles in their as-prepared state are capable of being used in applications that require spherical silica particles with a uniform particle size. Alternatively, when the obtained particles are sieved, the sieving will be simplified, which will improve the yield.

[0027]

The mixing tank 15 is equipped with a non-pulsation metering pump 16. Silica sol, placed in the mixing tank 15, is pumped to a nozzle 17 without pulsation at a predetermined flow velocity and flow rate. The non-pulsation metering pump 16 is provided with an air damper, which is capable of canceling even small pulsations generated when several pumping mechanisms contained in the non-pulsation metering pump 16 are switched over. A collecting tank 19 is also placed below the nozzle 17, to collect produced silica gel particles.

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号
特開2000-169134
(P2000-169134A)

(43) 公開日 平成12年6月20日 (2000. 6. 20)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テーマコード* (参考)
C 0 1 B 33/152		C 0 1 B 33/152	A 4 G 0 7 2
B 0 1 J 2/02		B 0 1 J 2/02	Z 5 D 1 0 7
	2/18		
B 0 6 B 3/00		B 0 6 B 3/00	

審査請求 未請求 請求項の数5 OL (全 6 頁)

(21) 出願番号 特願平10-350043

(22) 出願日 平成10年12月9日 (1998. 12. 9)

(71) 出願人 000237112

富士シリシア化学株式会社

愛知県春日井市高蔵寺町2丁目1846番地

(72) 発明者 伊藤 睦弘

愛知県春日井市高蔵寺町2丁目1846番地

富士シリシア化学株式会社内

(72) 発明者 武田 邦彦

東京都港区芝浦3-9-14

(74) 代理人 100082500

弁理士 足立 勉 (外1名)

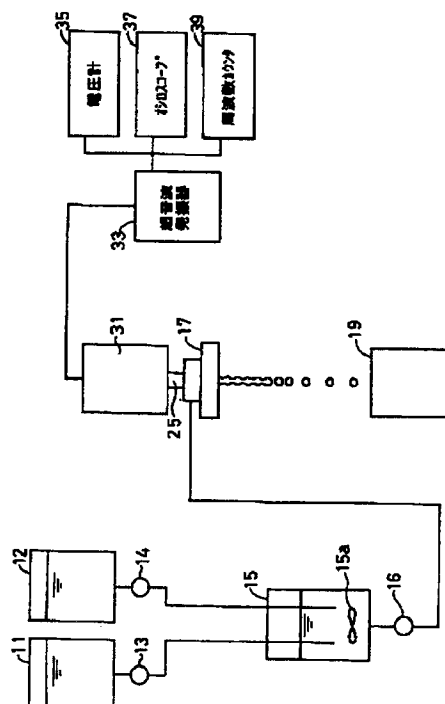
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 球状シリカの製造方法

(57) 【要約】

【課題】 分級等を行わなくても、比較的粒子径の揃った球状シリカを得ることができる球状シリカの製造方法を提供すること。

【解決手段】 混合槽15内のシリカゾルをノズル部17へ供給し、その下方にある回収槽19へと滴下する。その際、ノズル部17内に満たされるシリカゾルに対して、ホーン25を介して振動子31からの超音波振動が加えられる。この超音波振動により、ノズル部17から流出するシリカゾルは、ほぼ等間隔に寸断され、同体積の微小液滴となって回収槽19へと落下する。シリカゾルは、pHを調節してゲル化時間がコントロールされており、ノズル部17から流出した後、回収槽19へ到達するまでの間にゲル化して球状シリカとなる。



【特許請求の範囲】

【請求項1】一定流量のシリカゾルをノズルから流出させつつ、前記ノズル内のシリカゾルに一定周波数および一定振幅の振動を与えることによって、前記ノズルから流出するシリカゾルを液滴化し、その液滴化によって略球状となるシリカゾルをゲル化させて粒子化することを特徴とする球状シリカの製造方法。

【請求項2】前記ノズルの流出口の中心軸線が延びる方向に対して略直交する振動面を、前記流出口に対向する位置に配置して、該振動面を前記ノズル内流路が延びる方向へ振動させて、前記シリカゾルに振動を与えることを特徴とする請求項1に記載の球状シリカの製造方法。

【請求項3】前記振動の波形が、正弦波であることを特徴とする請求項1または請求項2に記載の球状シリカの製造方法。

【請求項4】第1の流路を介して一定流量の無機酸を供給する一方、第2の流路を介して一定流量のアルカリ金属ケイ酸塩を供給し、前記第1、第2の流路を合流させてシリカゾルを生成させ、そのシリカゾルを前記ノズルに供給し、その際、前記無機酸と前記アルカリ金属ケイ酸塩の流量比を調節することによってシリカゾルのpHを調整し、該pH調整により、シリカゾルのゲル化までにかかる時間を、シリカゾルが液滴化してから所定の回収位置へ到達するまでの期間内にゲル化するように制御することを特徴とする請求項1～請求項3のいずれかに記載の球状シリカの製造方法。

【請求項5】一定流量のケイ酸ソーダをノズルから流出させつつ、前記ノズル内のケイ酸ソーダに一定周波数および一定振幅の振動を与えることによって、前記ノズルから流出するケイ酸ソーダを液滴化し、その液滴化によって略球状となるケイ酸ソーダを酸処理してシリカゲルとすることを特徴とする球状シリカの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、球状シリカの製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】従来、球状シリカの製造方法としては、例えば、シリカヒドロゲルをスプレーして、固化した球状シリカを回収する方法や、シリカヒドロゾルを相溶性のない液体中で乳濁させて球状シリカを得る方法等が知られている。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、上記従来の製造方法では、比較的粒子径のばらつきが大きく、粒子径の揃った球状シリカを得ることが困難であった。そのため、球状シリカの粒度分布をコントロールするには、シリカ粒子の製造後に分級処理などが必要となり、球状シリカの製造コストが増大する要因となっていた。

【0004】本発明は、上記問題を解決するためになさ

れたものであり、その目的は、分級等を行わなくても、比較的粒子径の揃った球状シリカを得ることができる球状シリカの製造方法を提供することにある。

【0005】

【課題を解決するための手段、および発明の効果】上述の目的を達成するためになされた本発明の球状シリカの製造方法は、請求項1記載の通り、一定流量のシリカゾルをノズルから流出させつつ、前記ノズル内のシリカゾルに一定周波数および一定振幅の振動を与えることによって、前記ノズルから流出するシリカゾルを液滴化し、その液滴化によって略球状となるシリカゾルをゲル化させて粒子化することを特徴とする。

【0006】この球状シリカの製造方法によれば、一定流量のシリカゾルをノズルから流出させつつ、ノズル内のシリカゾルに一定周波数および一定振幅の振動を与えるので、ノズルから連続して流出して略柱状の形態となるシリカゾルに疎密波（縦波）が伝播し、これにより、シリカゾルの液柱がほぼ等間隔で寸断されて液滴化する。そして、寸断されたほぼ同体積のシリカゾルは、表面張力によってほぼ同径の略球状体となるので、そのシリカゾルをゲル化させて粒子化すると球状シリカとなる。

【0007】このようにして得られた球状シリカは、分級等を行わなくても、きわめて狭い粒度分布を示すものとなるので、粒子径を揃える必要のある用途で使用する際に、そのまま使用することができる。あるいは、分級処理を施す場合であっても、処理が容易になり、歩留まりが向上する。

【0008】なお、この球状シリカの製造方法において、振動を与えない条件下では、ノズルからシリカゾルが概ね層流状態で流出するように調整されていることが望ましい。これは、ノズルからシリカゾルが乱流状態で流出すると、シリカゾルの液柱が等間隔で寸断されない傾向が強くなるためである。但し、他の諸条件による影響で、層流状態であってもシリカゾルの液柱が等間隔で寸断されないことはあり、逆に、多少の乱流状態であっても実用上問題がない粒度分布の球状シリカゲルを得ることは可能なので、実用上は、シリカゾルの流速、レイノルズ数を調節して概ね層流状態となるようにし、後は実際の状況に応じて適宜微調整を加えればよい。傾向としては、多少流速が高めであっても、シリカゾルの液柱は良好に等間隔で寸断される。

【0009】ノズルから流出するシリカゾルの流速としては、例えば0.1m/s～100m/s程度の流速を設定すると望ましい。これ以上流速を低下させても、ノズル壁面に流体が広がり、液滴が得られにくいという欠点、自然流下状態となり振動効果が得られないという欠点が現れやすくなり、その一方、これ以上流速を高くしても、ノズルに加える圧力が非常に高くなって不経済であるという欠点、振動による液柱寸断が不十分となると

いう欠点が現れやすい。

【0010】シリカゾルに与える振動については、適宜調整されればよく、周波数を高くするほど球状シリカは微粒子化される。振動の振幅については、特に限定されないが、あまり小さすぎてもエネルギーが小さくて、液柱の寸断が困難になる（減衰により液柱が寸断されなくなる）という点で問題があり、あまり大きすぎてもノズル等の機械的破壊が生じやすく必要エネルギーが大きくなるという点で問題があるので、例えば $1\mu\text{m}\sim 5\text{mm}$ 程度の範囲内で調節するとよい。

【0011】ノズルの流出口は1個に限らず、複数個の流出口が形成されていてもよく、ノズルの直径は、約数 $\mu\text{m}\sim$ 数 mm 程度に設定されているとよい。このノズルの直径が大きいほど、球状シリカの粒径が大きくなる。次に、請求項2に記載の球状シリカの製造方法は、前記ノズルの流出口の中心軸線が延びる方向に対して略直交する振動面を、前記流出口に対向する位置に配置して、該振動面を前記ノズル内流路が延びる方向へ振動させて、前記シリカゾルに振動を与えることを特徴とする。

【0012】この球状シリカの製造方法によれば、シリカゲルの粒度分布をより狭くすることができる。請求項2に記載の構成を採用することによって、シリカゲルの粒度分布が狭くなる理由は定かではないが、例えば、振動面を振動させて発生させた疎密波が、シリカゾル中をまっすぐにノズルの流出口へ向かって進行するため、振動が減衰しにくく、ノズル外へ流出したシリカゾルにまで効率よく振動が伝わる、あるいは、反射波などのノイズ的な振動による悪影響が少なくなる、といった理由により、シリカゾルの液柱がより良好に等間隔で寸断されるようになると推察される。

【0013】なお、この球状シリカの製造方法において、振動面と流出口との間の距離は、過剰に近づけると流出口へのシリカゾルの流動を妨げる原因となり、その一方、過剰に遠ざけると振動が減衰しやすいので、これらを考慮すると例えば $0.1\text{mm}\sim 100\text{mm}$ 程度の範囲内に設定することが望ましい。また、複数個の流出口を形成する場合には、複数個の流出口のすべてが、振動面に対向する範囲内に形成されているとよい。

【0014】次に、請求項3に記載の球状シリカの製造方法は、前記振動の波形が、正弦波であることを特徴とする。この球状シリカの製造方法によっても、シリカゲルの粒度分布をより狭くすることができる。請求項3に記載の構成を採用することによって、シリカゲルの粒度分布が狭くなる理由も定かではないが、これは実験的に確認した事実であり、パルス波やその他の波形を与えた場合に比べて、振動の波形が正弦波である場合に、シリカ粒子の粒度分布が最も狭くなっていた。したがって、粒度分布をより厳密にコントロールしたい場合には、振動の波形を正弦波とすることが効果的であると考えられる。

【0015】なお、請求項2および請求項3に記載の構成は同時に採用することができ、その場合は、双方の効果によって粒度分布をきわめて狭くすることができるので、より一層望ましい。次に、請求項4に記載の球状シリカの製造方法は、第1の流路を介して一定流量の無機酸を供給する一方、第2の流路を介して一定流量のアルカリ金属ケイ酸塩を供給し、前記第1、第2の流路を合流させてシリカゾルを生成させ、そのシリカゾルを前記ノズルに供給し、その際、前記無機酸と前記アルカリ金属ケイ酸塩の流量比を調節することによってシリカゾルのpHを調整し、該pH調整により、シリカゾルのゲル化までにかかる時間を、シリカゾルが液滴化されてから所定の回収位置へ到達するまでの期間内にゲル化するように制御することを特徴とする。

【0016】この球状シリカの製造方法において、無機酸としては、硫酸、塩酸、または硝酸などを考え得るが、工業的には硫酸を用いるのが一般的である。また、アルカリ金属ケイ酸塩としては、ケイ酸ソーダ、ケイ酸カリウム、またはケイ酸リチウムなどを考え得るが、工業的にはケイ酸ソーダを用いるのが一般的である。これらの無機酸またはアルカリ金属ケイ酸塩を流路を介して供給するに当たっては、適当な溶媒（通常は水）を加えて適切な濃度まで希釈すればよい。なお、第1、第2の流路を合流させてシリカゾルを生成させる箇所では、無機酸溶液中にアルカリ金属ケイ酸塩を注入混合する、もしくは、無機酸およびアルカリ金属ケイ酸塩を同時に衝突混合するとよい。このようにすると、シリカゾルとして長時間にわたって安定な酸性溶液中へケイ酸ソーダが拡散するので、部分的なゲル化が起こりにくく、均一なシリカゾルが得られやすい。但し、最終的なシリカゾルのpHは、無機酸とアルカリ金属ケイ酸塩の流量比によって変わる。

【0017】本製造方法では、この流量比を調節することによってシリカゾルのpHを調整し、このpH調整により、シリカゾルのゲル化までにかかる時間（以下、ゲル化時間という）をコントロールする。ゲル化時間は諸条件に応じて変わる可能性があるが、目安としては、pH4程度のシリカゾルは、約10秒～30秒程度でゲル化する。そして、このpHを高くする（具体的には、pH7～9程度にする）とゲル化時間は短くなり、pHを低くする（具体的には、pH2～4にする）とゲル化時間は長くなる傾向がある。

【0018】無機酸とアルカリ金属ケイ酸塩を混合した後、シリカゾルが流路を通過してノズルに至り、ノズル外へ流出するまでにかかる時間は、その流路の合計距離と流速から割り出すことができるので、シリカゾルのpHを最適化しておけば、シリカゾルがノズル外へ流出してからゲル化が起こるようにすることができる。あるいは、あるpHに調整されたシリカゾルであれば、ノズル外へ流出してからゲル化が起こるように、シリカゾルの

流速を調整することもできる。つまり、シリカゾルの pH と流速との兼ね合いによって、シリカゾルが液滴化されてから所定の回収位置へ到達するまでの期間内にゲル化するように制御することができる。

【0019】このような球状シリカの製造方法によれば、ノズルから流出したシリカゾルが液滴化された後、回収位置へ到達するまでの間にゲル化して球状シリカとなるので、きわめて簡単に効率よく球状シリカを回収することができる。但し、本発明の球状シリカの製造方法において、シリカゾルをゲル化させる手段は、上記請求項 4 に記載の手段に限定されず、他の手段を採用してもよい。

【0020】具体的には、例えば、液滴化されたシリカゾルを乾燥雰囲気中もしくは高温雰囲気中に落下させることにより、シリカゾルに含まれる水分を蒸発させて、シリカゾルが所定の回収位置へ到達するまでにゲル化するようにしてもよい。但し、この場合は、乾燥装置ないし加熱装置が必要となるので、その分だけ製造装置の構成が複雑化する可能性がある。

【0021】あるいは、液滴化されて落下するシリカゾルを、シリカゾルとの相溶性が低い液体中に落下させることにより、その液体中でシリカゾルをゲル化させてもよい。但し、この場合は、シリカゾルとの相溶性が低い液体、およびその液体中から球状シリカを分離・回収する装置が必要となるので、その分だけ製造装置の構成が複雑化する可能性がある。

【0022】次に、請求項 5 に記載の球状シリカの製造方法は、一定流量のケイ酸ソーダをノズルから流出させつつ、前記ノズル内のケイ酸ソーダに一定周波数および一定振幅の振動を与えることによって、前記ノズルから流出するケイ酸ソーダを液滴化し、その液滴化によって略球状となるケイ酸ソーダを酸処理してシリカゲルとすることを特徴とする。

【0023】すなわち、先に説明した請求項 1～請求項 4 に記載の球状シリカの製造方法では、ノズルからシリカゾルを流出させていたが、これに代えて、請求項 5 に記載の球状シリカの製造方法では、ノズルからケイ酸ソーダを流出させる。ケイ酸ソーダが液滴化する仕組みは、請求項 1 に記載の製法と同じである。但し、液滴化したケイ酸ソーダをシリカゲル粒子とするには、酸処理を行ってケイ酸ソーダの中和を行うが必要になる。

【0024】酸処理の方法は、特に限定されないが、例えば、液滴化したケイ酸ソーダを酸性ガス中に落下させる方法を採用でき、この場合、液滴化したケイ酸ソーダは落下中にナトリウムが中和されてシリカゲル粒子となる。酸性ガスとしては、例えば、炭酸ガス、塩化水素ガス、酢酸ガスなど、ガス化可能な任意の無機酸または有機酸を利用できる。また、例えば、液滴化されたケイ酸ソーダを乾燥雰囲気中もしくは高温雰囲気中に落下させて一旦乾燥品とし、その乾燥品を酸性溶液中に投入して

ナトリウムを中和してもよい。さらに、例えば、液滴化されたケイ酸ソーダを有機溶媒等の相溶性のない液体中にそのまま滴下し、その液体中に存在する酸によりナトリウムを中和してもよい。この場合、上記液体中には界面活性剤を添加して液滴を安定化してもよい。上記液体に加える酸の種類は無機酸あるいは有機酸など任意であるが、上記液体に溶解しやすいもの、あるいは、溶解しなくても酸自体がエマルションとなるものなどであると望ましい。

【0025】

【発明の実施の形態】次に、本発明の実施形態について一例を挙げて説明する。最初に、本発明の製造方法の実施に適した球状シリカ製造装置の構成について簡単に説明する。

【0026】図 1 に示すように、この球状シリカ製造装置は、ケイ酸ソーダの供給源となる第 1 タンク 11、硫酸の供給源となる第 2 タンク 12 を備え、各タンクの内容物が、各タンクに付設された定量ポンプ 13、14 によって一定流量で混合槽 15 内へ圧送され、混合槽 15 内でシリカゾルを生成させるようになっている。各タンク 11、12 は、ケイ酸ソーダおよび硫酸をそれぞれ適当な濃度に希釈する設備（図示略）を備えている。また、混合槽 15 は、圧送されてくるケイ酸ソーダおよび硫酸を攪拌する攪拌装置 15a を備え、この他、混合時の反応熱を冷却する装置等（図示略）も備えている。

【0027】混合槽 15 には、無脈動ポンプ 16 が付設され、これにより、混合槽 15 内のシリカゾルは、脈動することなく一定の流速および流量でノズル部 17 へ圧送されるようになっている。無脈動ポンプ 16 にはエアダンパーが付設され、このエアダンパーで、無脈動ポンプ 16 が内蔵する複数の圧送機構の切替時に発生する僅かなパルス状の脈動をも打ち消すように構成されている。さらに、ノズル部 17 の下方には、製造されるシリカゲル粒子を回収するために回収槽 19 が配設されている。

【0028】ノズル部 17 は、図 2 に詳細に示すように、いくつかの金属部品およびゴムパッキンを組み立ててフランジ状に形成されたノズルホルダー 21 と、ノズルホルダー 21 内に形成された内部空間であるセル 21a の下面側を閉塞する位置に固定されたノズルプレート 23 と、ノズルホルダー 21 に振動可能な状態に組み込まれたホーン 25 等で構成されている。

【0029】ノズルホルダー 21 の側面には、流入口 21b が形成され、この流入口 21b を介して供給されるシリカゾルがセル 21a に流入するようになっている。また、ノズルプレート 23 には、複数の流出口 23a が形成され、この流出口 23a を介してセル 21a 内のシリカゾルが流出するようになっている。

【0030】ホーン 25 は、ゴムパッキン 27 を介在させた状態でノズルホルダー 21 に支持されており、ゴム

パッキン 27 が変形する範囲内で振動できるようになっている。また、このホーン 25 は、上記流出口 23 a の中心軸線（図 2 中一点鎖線で示す軸線）が延びる方向に対して直交する振動面 25 a を有し、この振動面 25 a が、セル 21 a 内において流出口 23 a に対向する位置にあり、複数の流出口 23 a は、すべて振動面 25 a に対向する範囲内に含まれている。

【0031】ホーン 25 の一端には、図 1 に示すように、振動子 31 が接続されている。振動子 31 は、チタン酸ジルコン酸鉛系の電歪素子を利用して構成されたもので、超音波発振器 33 から交流電圧が印加された際に超音波振動を発生させる。超音波発振器 33 には、電圧計 35、オシロスコープ 37、および周波数カウンタ 39 などが接続され、これらにより、振動子 31 が発生させる超音波振動の振動数、振幅、および波形などを管理できるようになっている。

【0032】この球状シリカ製造装置でシリカを製造する際には、まず、第 1 タンク 11 内のケイ酸ソーダを定量ポンプ 13 によって一定流量で混合槽 15 内へ圧送し、一方、第 2 タンク 12 内の硫酸を定量ポンプ 14 によって一定流量で混合槽 15 内へ圧送する。混合槽 15 内では、ケイ酸ソーダと硫酸が攪拌混合され、その結果、シリカゾルが生成する。このシリカゾルの pH は、供給されるケイ酸ソーダおよび硫酸の各濃度と量によって決まり、これにより、ゲル化するまでにかかる時間も決まる。

【0033】混合槽 15 内のシリカゾルは、無脈動ポンプ 16 によって、脈動することなく一定の流速および流量でノズル部 17 へ圧送され、ノズルホルダー 21 の側面にある流入口 21 b を介してノズル部 17 のセル 21 a 内に流入する。セル 21 a 内に流入したシリカゾルは、ノズルプレート 23 に形成された複数の流出口 23 a から流出し、ノズル部 17 の下方にある回収槽 19 へと滴下される。シリカゾルが生成してから流出口 23 a を介して流出するまでにかかる時間は、無脈動ポンプ 16 の送出速度を調節することによりコントロールできるので、シリカゾルのゲル化時間と無脈動ポンプ 16 の送出速度の関係を最適な範囲内に調節することにより、シリカゾルが流出口 23 a を介して流出してからゲル化するように調整できる。また、ノズル部 17 と回収槽 19 との距離を十分に確保することにより、シリカゾルが確実にゲル化した後で、そのシリカ粒子を回収することができる。

【0034】また、ノズル部 17 のセル 21 a 内に満たされるシリカゾルには、ホーン 25 から振動が加えられる。すなわち、ホーン 25 は、振動子 31 とともに、流出口 23 a の中心軸線に一致する方向（図 2 中の両端矢印 A 方向）へ振動し、セル 21 a 内のシリカゾルに対し

て直接振動を加える。この時の振動の形態、すなわち、振動の周波数、振幅、波形は、超音波発振器 33 から印加され電圧によってコントロールされる。そして、この振動を適当な範囲内に調節することにより、ノズル部 17 から流出するシリカを液滴化することができる。

【0035】以上のように構成された球状シリカ製造装置において、ノズル径を $50\mu\text{m}$ 、シリカゾルの流量を $1.2\text{ml}/\text{min}$ 、流速を $10.39\text{m}/\text{s}$ 、振動数を 33.56kHz に設定して、シリカ粒子を製造した。その結果、平均粒子径 $105\mu\text{m}$ の球状シリカ粒子を回収することができた。この球状シリカ粒子を顕微鏡で観察したところ、いずれの粒子も球状で、しかも、粒子径が均一に揃っていた。

【0036】以上、本発明の実施形態について説明したが、本発明の実施形態については上記のもの以外にも種々の具体的形態が考えられる。例えば、上記実施形態では、ケイ酸ソーダがノズルに到達する前に硫酸を混合してシリカゾルを生成し、このシリカゾルがノズルから流出して液滴化されるように構成してあったが、ケイ酸ソーダを出発原料として最終的にシリカゲルを得ることができればよいので、ケイ酸ソーダを中和するタイミングは、ノズルからの流出前に限らない。

【0037】具体的には、例えば、一定流量のケイ酸ソーダをノズルから流出させつつ、ノズル内のケイ酸ソーダに一定周波数および一定振幅の振動を与えると、ノズルから流出するケイ酸ソーダが液滴化されるので、その液滴化によって略球状となるケイ酸ソーダを酸性ガス中に落下させて、液滴化したケイ酸ソーダ中にあるナトリウムが酸性ガス中において中和すれば、最終的に所期のシリカゲルを得ることができる。なお、酸処理の方法は、ケイ酸ソーダ中のナトリウムを中和できる方法であれば、酸性ガス中に落下させる方法以外の方法であってもよい。

【図面の簡単な説明】

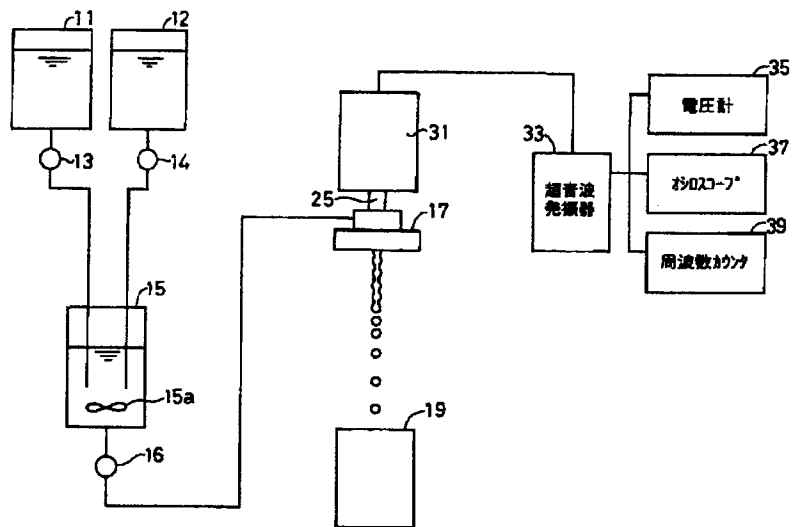
【図 1】 球状シリカ製造装置の全体構成を示す構成図である。

【図 2】 ノズル部を拡大して示す縦断面図である。

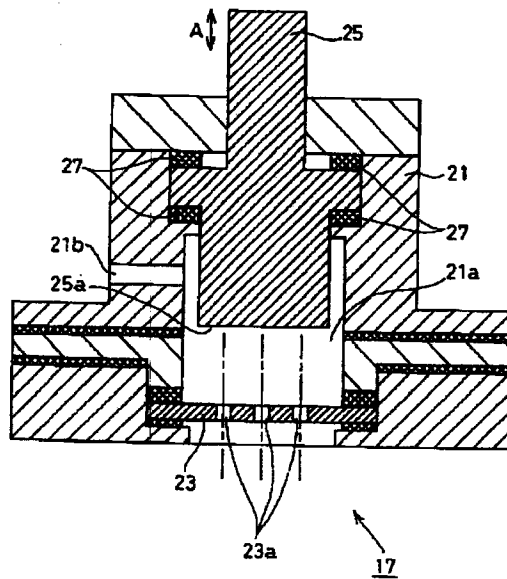
【符号の説明】

11・・・第 1 タンク、12・・・第 2 タンク、13、14・・・定量ポンプ、15・・・混合槽、16・・・無脈動ポンプ、17・・・ノズル部、19・・・回収槽、21・・・ノズルホルダー、21 a・・・セル、21 b・・・流入口、23・・・ノズルプレート、23 a・・・流出口、25・・・ホーン、25 a・・・振動面、27・・・ゴムパッキン、31・・・振動子、33・・・超音波発振器、35・・・電圧計、37・・・オシロスコープ、39・・・周波数カウンタ。

【図1】



【図2】



フロントページの続き

Fターム(参考) 4G072 AA28 BB07 CC10 GG03 HH18
 HH21 JJ13 LL06 LL07 MM01
 MM02 PP01 PP03 QQ01 RR06
 5D107 AA04 AA07 BB01 BB20 FF03
 FF08